

Version n°3

Mise à jour le 18 mai 2011



Manuel d'utilisation

du

Laboratoire Hautes Pressions



1 Sommaire

2 Avant propos

Ce document est un manuel destiné aux utilisateurs du laboratoire.

Il contient les éléments nécessaires à la compréhension et à l'appréhension du fonctionnement du laboratoire, et a pour but de faciliter l'autonomie de l'utilisateur.

La maitrise des hautes pressions présente des risques de détériorations pour le matériel (par exemple casse de diamant, de carbures,…) et des risques pour les utilisateurs qui passeraient outre les consignes de sécurité.

Toute personne qui ne se conformera pas aux règles de sécurité se verra exclu du laboratoire HP.

L'accès au laboratoire ne peut se faire qu'en relation avec l'acceptation d'un projet expérimental où qu'avec l'autorisation du responsable du laboratoire.

RESPONSABLE : Itié Jean-Paul

Tel. : 01 69 35 96 68 Mobile :

LABORATOIRE : 01 69 35 **97 52**

Un système de badge avec contrôle d'accès est mis en place. Le laboratoire est ouvert 24h/24h à tout utilisateur qui en fait la demande.

3 Présentation du Laboratoire

3.1 Domaine d'application

Les principaux domaines d'application du Laboratoire Hautes Pressions, sont :

- la préparation des cellules hautes pressions (par exemple les cellules à enclumes de diamants, de moissanite, de saphir où les cellules gros volume type Paris-Edimbourg).
- Si nécessaire des échantillons.
- La mise en œuvre de systèmes pouvant générer les hautes où basses températures (cryogénie, vide, régulation, chauffage, etc.…) en relation avec des expériences sous pression.

Il est possible d'y effectuer des interventions électroniques simples, ou des nettoyages de pièces ou d'échantillons.

3.2 Service

Le laboratoire met à disposition une infrastructure, des équipements et des produits nécessaires au bon déroulement des manipulations effectuées par les utilisateurs. Son équipe technique propose un support scientifique (conseil/ expertise) et technique (faisabilité/mise en place d'expériences).

Les Equipements de Protection Individuel (EPI) suivants sont fournis pour le laboratoire : **gants cryogéniques et lunettes de protection ; gants de manipulation, lunettes de protection laser.**

3.3 Equipements

Les Modes Opératoires simplifiés pour tous les équipements, ainsi que les manuels originaux, sont consultables au laboratoire.

Les équipements présents au laboratoire sont listés par ordre alphabétique ainsi que les précautions d'utilisations:

- 2 bacs de nettoyage par ultrasons avec possibilité de chauffage. L'un de petites dimensions principalement pour les pièces des cellules diamants l'autre plus grand pour les pièces des autres montages. Attention de respecter les niveaux de liquide.

- 2 bancs de mesure de pression.
Il faudra avoir une habilitation laser pour la mise en œuvre de cet appareillage. (laser de classe IIIb) ou une autorisation de votre Directeur de laboratoire.

- 2 Binoculaires Leica. équipées illuminateurs par fibres optiques.

- Cellule à enclumes (pneumatique type Betsa, membrane type Betsa, type Chervin (tatiana, Lucia, Djonga, Maeva, Dichro ,…). Il est impératif de se conformer à des règles strictes d'utilisation, à savoir :

- vérifier le réglage de la cellule avant l'utilisation :
    - Etat des pierres et surtout de la qualité des culasses.
    - Centrage des pierres (culasses)
    - Parallélisme entre les pierres (teinte plate)
- Ne pas dépasser la pression maximum tolérable pour la membrane en fonction des supports des diamants et de la dimension des culasses des diamants.
- Suivre les pressions d'empreintage en fonction de la matière des joints utilisés.
- Remettre en état la cellule en cas de casse de diamant :
    - Remplacer le ou les diamants cassés
    - Vérifier les supports diamants (carbures,…) et si nécessaire les repolir ou les remplacer en cas de détérioration trop importante
    - Rerégler la cellule et éditer la nouvelle courbe épaisseur du joint en fonction de la pression membrane et de la matière du joint.

- Cellule Bio 7000 bar type ST (utilisation restreinte aux personnes habilitées). Le générateur est une pompe hydraulique manuelle à cabestan de 2,5 cc de la Société Nova Swiss. La cellule est montée avec des diamants IIA d'épaisseur 1 mm. Cette cellule pourra être chauffée ou refroidie entre -20/30°C et + 100°C (possibilités ultérieures en cours de préparation).

- 1 Chargeuse bi-gaz pour cellule à enclumes type ST (utilisation restreinte aux personnes habilitées). Ce système de chargement mis au point par al Société Sanchez Technologies (ST) permet de charger toute les cellules diamants à membrane avec la possibilité d'avoir un gaz de chargement pour la cellule et un autre (hélium dans notre cas) pour la membrane.

- 1 "colleuse" diamants type BETSA. Certaines cellules sont prévues pour être équipées de diamants collés sur leur support (cas des diamants percés ou des hautes températures). Un outil permettant de centrer le diamant et de le maintenir en place est utilisé dans ce cas. Le diamant est maintenu par un cordon de colle céramique. L'outil permet d'attendre que sèche la colle.

- 1 cryostat et ses accessoires (en cours de réalisation, les conditions d'utilisation seront précisées ultérieurement).

- Fer à Souder.

- 1/+ "gonfleur" ou générateur de pression sur la membrane. Il permet de faire varier la pression de gaz sur la membrane. Il faut dans tout les cas respecter les limitations de pression imposé par l'utilisation des cellules à enclumes de diamants (voir paragraphe ci-dessus). Le fonctionnement des vannes pointeau de Nova Swiss impose une fermeture ou une ouverture contrôlée en évitant un serrage excessif sur le pointeau. Toute vanne détériorée devra être remplacée et le "gonfleur" devra être vérifié et testé pour éviter un risque de fuite.

- 2 "gonfleurs" automatique pour CED Serv'Instrumentations mêmes précautions que précédemment. Il permet de contrôler la montée en pression ou la descente en programmant les paramètres d'entée ou de sortie du gaz dans la membrane de la cellule à enclumes de diamants.

- Multimètres.

- 1 perceuse …servant pour la préparation des joints pour la presse Paris-Edimbourg sous la responsabilité des utilisateurs, après accord du responsable du laboratoire hautes pressions

- 1 polisseuse PRESI ainsi qu'un ensemble de disque à polir (manuellement)
    - Il est impératif de respecter, pour des questions de propreté et de qualité de polissage, la répartition du matériel dans chaque tiroir en fonction du diamètre de la pâte à polir.
    - D'utiliser des gants jetables
    - Après chaque polissage de bien nettoyer et ranger le matériel utilisé.

- 1 Presse Paris-Edimbourg. (PPE).

    - Son utilisation sera sous la responsabilité des utilisateurs.
    - Les enclumes en carbures ne seront pas fournies sauf accord du responsable du laboratoire.

- Il sera impératif de ne pas dépasser la pression huile préconisée sur le piston mobile.
- 1 rampe automatique de montée en pression pour PPE - ST

- 1 presse gros volume (en cours de fabrication et de montage, on précisera ultérieurement son fonctionnement et utilisation)

- produits chimiques éthanol et acétone seulement.

- 1 Récipient d'azote liquide.

- 1 Tournette Dremel avec les micro-outils.

- 1 spectromètre Raman composé :

  - 1 monochromateur iHR320 de Horiba Jobin-Yvon équipé d'un détecteur CCD refroidit par effet Peltier.
  - Une tête de détection avec un objectif grande distance de travail pour les cellules à enclumes de diamants, un filtre Notch.
  - Un laser (la puissance, la longueur d'onde d'émission, etc..) à définir selon les besoins.
  - Un ensemble de fibre optique reliant les différents éléments.
  - Il faudra avoir une habilitation laser pour la mise en œuvre de cet appareillage. (laser de classe) ou une autorisation de votre Directeur de laboratoire.

- Système de perçage des joints
  - Manuellement par des micro-forets nécessité de remplacer les forets casés
  - par électro-érosion,

    - Liquide de perçage : uniquement du pétrole désaromatisé.

    - Les joints métalliques (inox, cuivre, CuBe, rhénium, tantale, etc…) peuvent être percés par éléctro-érosion. Ils peuvent, en nombre limité, être fournis par le laboratoire. Il est par contre interdit de percer du béryllium.

    - Les électrodes de diamètres différents sont disponibles dans le laboratoire

    - Ne pas démonter une électrode en place sans l'avis du responsable du laboratoire HP (le réglage de l'électrode est

primordial pour avoir un trou bien centré dans l'empreinte du joint).

- 1 système de perçage des joints par laser (microscope.) En cours de réalisation Responsables : Nicolas Guignot et Pierrick Zerbino. Système entièrement automatisé et sécurisé. Aucune modification ne sera possible sans l'accord des personnes responsables.

- Petit matériel

Le personnel du Laboratoire est disposé à apporter toute l'aide nécessaire pour la mise en œuvre des équipements. Pour cela il faut aussi de la part des utilisateurs un effort pour :

- Laisser la poste de travail propre, jeter les déchets de papier, coton-tige,etc…dans la poubelle.
- Ranger les outils utilisés.
- Signaler au responsable du laboratoire l'utilisation des derniers éléments (par exemple : olive, raccord, écrou de connexion, lampe de binoculaire, papier de nettoyage optique, pince brucelle,etc…).
- Ne pas oublier de remplir le cahier d'expérience (voir page 9) et d'indiquer toutes vos suggestions et améliorations souhaitées.

4 Règles de sécurité

Les règles de sécurité sont celles en vigueur et appliquées sur le site du Synchrotron-Soleil

5 Suivi des expériences

Le suivi des expériences menées au Laboratoire de Hautes Pressions est primordial.

Pour les utilisateurs, afin qu'ils gardent une trace des expériences menées et des résultats obtenus.

Pour le Laboratoire, afin d'assurer un meilleur suivi du matériel, et ainsi continuer de fournir un service efficace.

A cet effet il sera mis à la disposition des expérimentateurs un cahier d'expérience broché avec page numérotées dans lequel tout intervenant devra inscrire le développement expérimental et les résultats obtenus (voir cahier de laboratoire type CNRS).

Je, soussigné(e), …. déclare avoir lu le présent document et confirme avoir pris connaissance des règles de fonctionnement du laboratoire Hautes Pressions. Je m'engage à respecter les procédures décrites selon le manuel d'utilisation.

Date Signature